

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-266026

(P2002-266026A)

(43) 公開日 平成14年9月18日 (2002.9.18)

(51) IntCl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
C 2 1 D 8/10		C 2 1 D 8/10	D 4 K 0 1 8
B 2 2 F 3/24		B 2 2 F 3/24	E 4 K 0 3 2
5/12		5/12	
C 2 2 C 33/02		C 2 2 C 33/02	B
38/00	3 0 4	38/00	3 0 4
審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 8 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2001-62913(P2001-62913)

(22) 出願日 平成13年3月7日 (2001.3.7)

(71) 出願人 000224754

核燃料サイクル開発機構

茨城県那珂郡東海村村松4番地49

(71) 出願人 592244376

住友金属テクノロジー株式会社

兵庫県尼崎市扶桑町1番8号

(71) 出願人 596129721

神鋼特殊鋼管株式会社

山口県下関市長府港町13番1号

(74) 代理人 100083585

弁理士 穂上 照忠 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 クロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法

(57) 【要約】

【課題】長さ方向と円周方向との高温強さの異方性が小さく、かつ高温強さの大きい酸化物分散強化型フェライト系高クロム鉄合金管の製造方法の提供。

【解決手段】金属粉末と酸化物粉末との混合焼結により素材を作製し、3回以上の冷間圧延および軟化焼鈍を繰返して所要管形状とする際に、冷間圧延の加工度は30%以上、圧延途中の軟化熱処理は1100℃未満、最終の焼鈍熱処理は1100℃以上とする、クロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法。この場合、好ましい合金組成はCrが11~15%、他Ti、Mo、W等を含み、分散させる酸化物であるY₂O₃の含有量が0.15~0.35%である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】金属粉末と酸化物粉末との混合焼結により素材を作製し、合計3回以上の冷間圧延および焼鈍を繰返して所要形状の管にする際に、各冷間圧延の圧延率は30%以上、圧延途中の焼鈍は1100℃未満、最終の焼鈍は1100℃以上でおこなうことを特徴とする、クロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法。

【請求項2】鉄合金が、質量%にてCr:11~15%、Ti:0.1~1%および Y_2O_3 :0.15~0.35%を含むものであることを特徴とする請求項1に記載のクロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法。

【請求項3】鉄合金が、質量%にてCr:11~15%、Ti:0.1~1%、WおよびMoの1種または2種の合計:0.1~4%および Y_2O_3 :0.15~0.35%を含むものであることを特徴とする請求項1に記載のクロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明が属する技術分野】本発明は、耐熱材料、とくに高温で中性子照射の環境下で使用されるクロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】発電用原子炉の高速増殖炉炉心構成部材としては、従来オーステナイト系のステンレス鋼、例えばSUS316やその改良鋼が検討されてきた。しかしオーステナイト系ステンレス鋼は高温強さはすぐれているが、400~700℃の高速中性子照射下における耐スエリング性や耐クリープ性に限界があり、実用的高速増殖炉の炉心構成用部材として必ずしも十分でない。これに対し、フェライト系ステンレス鋼あるいはフェライト系高クロム鉄合金は、オーステナイト系ステンレス鋼よりも高速中性子照射劣化にたいする耐性はすぐれているが、高温クリープ強さないしは高温強さが劣っている。そこで、酸化物の微細粒子をマトリクスに分散させて高温強さを向上させた、酸化物分散強化型フェライト系高クロム鉄合金の開発が進められ、とくに燃料の被覆管用としての適用が検討されている。さらに、フェライト系ステンレス鋼あるいはフェライト系鉄合金は、オーステナイト系ステンレス鋼よりも熱膨張係数は小さく熱伝導率が良好という長所があり、高温強さが向上できれば、火力発電の高温部材など耐熱用材料としての活用も期待できる。

【0003】このようなフェライト系高クロム鉄合金として提案されているものに、質量%にてCrを11~15%程度含む、例えば(a) Fe-14%Cr-1%Ti-0.3%Mo-0.25% Y_2O_3 合金(MA957合金:米国特許第4075010号)や(b) Fe-13%Cr-3%(Mo+W)-0.5%Ti-0.1%C-0.35% Y_2O_3 合金(英国特許出願公開明細書GB2219004A号)などがある。これらは、耐食性や耐酸化性のために不可欠なCrと高温強さ

確保のためのMoやWとを含有させた鉄合金に、Tiとともに酸化物として Y_2O_3 を添加した合金である。Tiの添加は、 Y_2O_3 と反応して酸化物粒子を極めて微細にマトリクス中に分散させる作用がある。

【0004】酸化物を微細に分散させると、高温クリープ強さないしは高温強さが大きく上昇するのは、変形に伴う転位や粒界の移動を微細に分散した酸化物粒子が強く拘束するためである。この微細分散粒子の効果は、一般的に粒子の存在量が多いほど大きく、同じ含有量ならその径が小さく、かつ均一に分散しているほど大である。しかしながら、微細粒子の存在は、管などを成形する際の変形抵抗を増し、変形能を悪くして加工性を劣化させるとともに、加工硬化した材料の焼鈍による軟化も困難にさせる。

【0005】原子炉の燃料被覆管を製造する場合、まず酸化物分散型合金とするため、合金粉末と酸化物粉末とをボールミルなどで十分に粉碎混合し、いわゆるメカニカルアロイイングした後、例えば円筒形状をした軟鋼製のカプセルに封入し、これを熱間押出して、素管に固化成形する。この素管は2ロール型のビルガーミルまたは3ロール型のHPTRミルを用いて冷間圧延され、所要寸法に製管される。寸法精度を厳しく要求される燃料被覆管は、細径薄肉であるために、加工度の大きい冷間加工をおこなわなければならない。

【0006】ところが、微細な酸化物粒子が分散した合金の場合、強度の冷間圧延によって加工方向に伸びた繊維状組織が焼鈍後も強く残存し、その結果、長さ方向への応力には高い強さを示すが、それに直交する方向の応力には極めて弱い管となる。燃料被覆管では内圧クリープ強さを要求されるので、この半径方向ないしは管の円周方向の強さ向上は、実用化へ向けての大きな課題である。

【0007】これに対し、加工後の熱処理を十分におこなって結晶粒を粗大化させ、加工方向に直角の方向にも粒が成長した再結晶組織にすると、この半径方向の強さが長さ方向のそれに近づき、内圧クリープ強さは向上することが知られている(鶴飼、他:「まてりあ」vol.39(2000),No.1,p78)。また、特開平8-229851号公報には、この酸化物分散型フェライト系高クロム鉄合金の Y_2O_3 の含有量を0.3%以下とし、加えて過剰酸素の量を限定することにより、結晶粒を粗大化させる温度を1300℃以下にする発明が開示されており、実施例では1200℃の焼鈍結果が示されている。

【0008】しかしながら、酸化物分散強化型フェライト系高クロム鉄合金を用い、実寸法の燃料被覆管を製造してみると、内圧クリープ強さないしは周方向方向の高温強さの十分すぐれた管を安定して得ることは必ずしも容易ではない。とくに酸化物の分散強化効果を十分得るために、その含有量を増し分散をよくするほど長さ方向と周方向の強度差が増し、その製造条件のより一層の改

善が必要であると考えられた。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、圧延加工および焼鈍を繰返おこなって製造される酸化物分散強化型フェライト系高クロム鉄合金管において、圧延の長さ方向とそれに直交する周方向との強さの異方性を少なくし、かつ内圧クリープ強さのレベルを向上させる方法を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、主としてクロムが質量%にて11~15%、WおよびMoの合計が4%以下、Tiが1%以下で、 Y_2O_3 を含む微細な酸化物粒子の分散により強化を図った、分散強化型フェライト系高クロム鉄合金による原子炉燃料被覆管の性能向上、とくに管の周方向の高温強さを安定して向上させるべく、その製造条件の検討をおこなった。

【0011】まず始めに、熱間押出しにて得られた素管により、約50%の冷間圧延と温度を種々変えた焼鈍とをそれぞれ2回おこなって合金管を作製し、長さ方向に対して直交する、管の内径を拡大させる方向のクリープ強さを調査した。その結果、1回目の焼鈍すなわち圧延と圧延の間の中間焼鈍の温度を低くし、2回目の焼鈍すなわち最終焼鈍の温度を高くすることにより、この長さ方向に対して直交方向の強さが著しく劣る傾向は改善され、金属組織が結晶粒の大きい組織となることが確認できた。

【0012】一般に高温におけるクリープ変形は、結晶粒界の滑りによって生じるので、応力の加わる方向を横切る結晶粒界の数が少ないほど、高温強さのすぐれたものになる。したがって冷間加工により細粒化された管の周方向に対しても、結晶粒を大きく成長させた金属組織がより好ましい結果をもたらしたものと思われる。

【0013】実際の原子炉燃料被覆管は細径薄肉であるため、熱間押出しにより得られた素管から冷間圧延と軟化のための中間焼鈍とを2~3回ないしはそれ以上繰返してから、最終の冷間圧延および焼鈍をおこなって製造しなければならない。そこで上述の2回の冷間圧延および焼鈍の実験にて好ましいと考えられた条件に基づき、焼鈍条件などを選定して製造したところ、製造した管の内圧クリープ強さは、十分高いものが必ずしも安定して得られなかったのである。

【0014】この原因を明らかにするため、合計3回以上の冷間圧延と焼鈍とを繰返して製造された管について、長さ方向に平行な縦断面の金属組織を調査した結果、次のようなことがわかった。

【0015】焼鈍後の管の長さ方向に平行な断面の光学顕微鏡組織には、典型的な例として図1に示すような4つの組織が観察された。(a)は焼鈍温度がやや低いときによく見られる例で、加工状態に比して硬さは低下しているが、光学顕微鏡観察では加工のままとほとんど差

がない。この組織の管は、強さの異方性が大きく内圧クリープ強さが劣る。これに対し(c)は焼鈍温度を十分高くした場合の例で、粗大な粒からなる組織のこの管は、多くの場合、強さの異方性は小さくすぐれた高温内圧クリープ強さを示す。

【0016】圧延後焼鈍した管の組織には、図1(b)に示すような、微細な組織の中に、(c)の組織の粗大粒に相当すると推測される大きな結晶粒が観察されることがある。これは、一般的に、再結晶における粒成長の粒界移動が微細析出物により強く拘束されたときに生じる、不均一な粒成長の過程に観察される現象であり、全体がこれらの粗大粒のみになったと推定される(c)の組織は、いわゆる二次再結晶組織であることを示している。

【0017】通常、金属を冷間加工し硬化した状態では、加工方向に延伸した加工組織になっている。これを軟化するために加熱すると、加工により生じた歪みや転位の移動再整理段階である回復、再結晶核生成、成長、再結晶組織形成という再結晶現象が進行する。このような再結晶過程の進行は、硬さなど機械的性質の変化として検知でき、それとともに、金属組織の変化を光学顕微鏡により見るができる。

【0018】しかし、微細粒子が分散存在する合金の場合、転位や結晶粒界の移動が微細粒子によって大きく阻害されるため、上記の再結晶過程は容易には進行せず、その上、通常の意味での再結晶現象が生じたとしても、光学顕微鏡観察では加工組織との相違がほとんど区別できない。光学顕微鏡観察では相違がなくても、硬さは低下しており、さらなる加工が可能な状態に延性が回復しているため、再結晶は進行していると推定される。

【0019】さらに温度を上げていくと、微細な組織の中から特定の粒のみが成長し、これが周囲の微細組織を蚕食して粗大粒となり、やがては全体が粗大粒組織になる。これは、一般的には二次再結晶または異常粒成長と呼ばれる現象であり、上記の酸化物分散型合金においては、この段階に至らなければ光学顕微鏡観察にて組織変化が検知できない。

【0020】そこで、ここではこの二次再結晶を再結晶、それによってできた(c)の組織を再結晶組織、そして二次再結晶前の軟化した再結晶状態、すなわち一般的には一次再結晶と呼ばれる(a)の状態の組織を、回復組織と呼ぶことにする。したがって、(b)のような組織は部分再結晶組織ということになるが、この組織では(a)と同様、強さの異方性が大きく内圧クリープ強さが劣る管となる。

【0021】観察された組織の中には(d)に示したように、変形帯が残った部分と、加工のまま、ないしは回復組織に近い状態の部分とが、帯状に伸びて隣接しているものがある。焼鈍温度を高くしても、この状態は容易には解消されない。これをさらに調べてみると、中間焼

鈍の段階で焼鈍で粗大な再結晶組織になり、これが引き続いて冷間圧延され最終焼鈍されたものであることがわかった。圧延前の粗大粒が伸ばされ、元の個々の粗大粒に対応する部分が同じ挙動を示し、焼鈍後変形のままだか、回復状態にまで進んでしまっているものと思われる。粗大粒組織となった後の加工では、粒内の滑り変形が主となって十分な歪みの蓄積がおこなわれず、通常の再結晶が進行しなくなり、二次再結晶である本発明という再結晶が生じなくなってしまったと推定される。このような組織の管は、内圧クリープ強さが低く強さの異方性も大きい。

【0022】中間焼鈍後にこの再結晶組織となった場合、さらに冷間圧延し焼鈍すると再結晶組織と同様な組織になることもあるが、そのような管は強さが低く異方性も大きい傾向を示す。

【0023】素管に対する1回目の冷間圧延および焼鈍にて粗大粒が現れなくても、引き続き冷間圧延の後に同じ条件でもう一度焼鈍すると、再結晶組織になってしまうことがあり、冷間圧延と中間焼鈍を繰返しおこなう場合は、焼鈍温度の選定に十分注意しなければならない。これは、圧延と焼鈍とを繰返すことにより、微細な酸化物粒子が凝集や粗大化して、転位や結晶粒界の移動を阻害する効果が減退していくためと考えられる。

【0024】以上のような調査結果から、中間焼鈍の段階で再結晶組織や部分再結晶組織が現れたときには、たとえ最終の冷間圧延および焼鈍後に再結晶組織を示したとしても、得られた管の内圧クリープ強さは低いことがわかった。すなわち、圧延途中の焼鈍では、十分軟化できる条件でなければならないが、粗大粒を出現させてはよくないのである。

【0025】中間焼鈍は、加工硬化した被圧延材の加工性を回復するためにおこなうものであるが、上述のようにその温度は高くしないことが望ましい。しかし、焼鈍温度の低下は軟化不足をきたし、次工程の圧延加工を困難にする。これに対しては、冷間圧延の加工度はできるだけ大きくすることが、低い温度でも十分に軟化させるために重要であることが確認された。

【0026】上述のような検討は、主として、クロムが11~15%、 Y_2O_3 を0.2%程度含む、フェライト系鉄合金を対象におこなったが、さらに多くクロムを含む場合、あるいは微細に分散した酸化物が Y_2O_3 以外である場合に対して検討した結果、これらの合金においても同様な結果が認められた。すなわち耐熱用途を目的とした、酸化物を微細に分散させたクロムを含むフェライト系鉄合金を用い、多数回の冷間加工および焼鈍を繰返して所要寸法の管を製造する場合、圧延途中の焼鈍すなわち中間焼鈍は温度を1100℃未満と低くして、上述のような再結晶組織になることを抑止し、最終焼鈍は1100℃以上と高くして結晶粒径の大きな再結晶組織にさせる。そうすれば、圧延された長さ方向ばかりでなく、圧延に対

して直角の周方向にも十分な強度を有する合金管が、安定して得られることがわかったのである。

【0027】以上のような知見に基づき、さらに限界条件を確認して本発明を完成させた。本発明の要旨は次のとおりである。

【0028】(1) 金属粉末と酸化物粉末との混合焼結により素材を作製し、合計3回以上の冷間圧延および焼鈍を繰返して所要形状の管にする際に、各冷間圧延の圧延率は30%以上、圧延途中の焼鈍は1100℃未満、最終の焼鈍は1100℃以上でおこなうことを特徴とする、クロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法。

【0029】(2) 鉄合金が、質量%にてCr: 11~15%、Ti: 0.1~1%および Y_2O_3 : 0.15~0.35%を含むものであることを特徴とする上記(1)のクロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法。

【0030】(3) 鉄合金が、質量%にてCr: 11~15%、Ti: 0.1~1%、WおよびMoの1種または2種の合計: 0.1~4%および Y_2O_3 : 0.15~0.35%を含むものであることを特徴とする上記(1)のクロムを含む酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管の製造方法。

【0031】

【発明の実施の形態】本発明の方法は、酸化物を分散強化させたフェライト系の鉄合金管の製造に適用する。このような合金管は、酸化物微細粒子の均一分散を図るため、金属粉末と酸化物粉末との混合焼結により素管を作製し、これを冷間圧延および焼鈍を繰返して所要形状に成形する。この製造過程では、素管を合計3回以上の冷間圧延および焼鈍を繰返して所要形状の管とするが、その際に、各回の冷間圧延の圧延率は30%以上、圧延途中の焼鈍は1100℃未満、最終の焼鈍は1100℃以上とするものである。

【0032】素管の製造は、例えば、まず所要組成の金属粉末および酸化物粉末を、ボールミル等を用い、いわゆるメカニカルアロイイングの手法により十分粉碎混合する。次にこの粉末を軟鋼カプセル等に封入して、加熱押出しにより一体化焼結して冷間圧延加工用素管を作製する。要すればこれをさらに加熱焼鈍して冷間加工用素材とする。この段階までの製造は、従来実施されている技術に準じておこなえばよい。

【0033】素管の冷間圧延は、ビルガー圧延機またはHPTR圧延機を用いるのが望ましい。これは比較的硬い材料に対し冷間ないしは温間で、大きな成形比の加工が可能だからである。冷間圧延の圧延率(断面減少率)は30%以上が必要である。ここで、冷間圧延の圧延率とは、素管または焼鈍後の軟化状態から圧延を開始して、次の軟化のための中間焼鈍または最終焼鈍をおこなうまでの間の圧延の合計の圧延率であり、1パスで30%以上の圧延でもよく、2パス、3パスと複数パス圧延して30%以上としてもよい。

【0034】圧延率30%以上の冷間圧延を施すのは、圧延途中での軟化焼鈍すなわち中間焼鈍の加熱温度を低下させることができ、さらに最終圧延後に再結晶組織とするための加熱温度も低くすることができるからである。より安定して焼鈍温度低下の効果をj得るためには、この冷間圧延の圧延率を40%以上とするのが望ましい。

【0035】圧延加工途中の中間焼鈍は1100℃未満の温度とする。これは1100℃以上の温度になると再結晶組織ないしは部分再結晶組織になるおそれがあり、ことに圧延と軟化焼鈍が繰返されるとその危険性が增大するからである。ただし焼鈍の加熱温度は低すぎると軟化が不十分となり、その後での30%を超える圧延が困難になってくるので、1000℃以上にするのがよい。

【0036】最終の焼鈍は、再結晶組織とするために1100℃以上の加熱が必要である。1100℃未満では再結晶組織が十分に形成されず、強さの異方性が減少しないおそれがある。しかし、1250℃を超える加熱は、異方性が低減できてもクリープ強さが低くなってしまうことがあり、1150～1250℃の範囲とするのが望ましい。

【0037】上記各焼鈍の加熱時間は、途中の軟化焼鈍でも最終の焼鈍でも、10分以上2時間程度その温度に保持すれば、十分その目的を達することができる。

【0038】本発明方法のこの圧延と焼鈍の条件は、圧延と中間および最終の焼鈍とを合計3回以上繰返す場合にとくに効果がある。2回の場合は中間焼鈍を上記のように1100℃未満にしなくても、この段階で再結晶組織が現れないことが多い。しかし、燃料被覆管の場合、細径薄肉のため3回以上の圧延と焼鈍の繰返しが必要であり、圧延と焼鈍との繰返し回数が増すと、最終の圧延前に再結晶組織が現れる危険性が増してくる。

【0039】本発明の対象とする管は、素材が合金粉末と酸化物粉末とを混合焼結したもので、クロムを含み酸化物を分散させて強化した、フェライト系の耐熱鉄合金製のものである。このような鉄合金では、高温での耐食性確保のため多量のクロムを含有させるが、フェライト系であれば、クロム量が変わっても上述の製造条件を適用できる。また、合金中に分散させる微細な酸化物粒子としては、 MgO 、 Al_2O_3 、 $MgAl_2O_4$ 、 ThO_2 、 TiO_2 、 Y_2O_3 および ZrO_2 などがあり、これらの1種または2種以上が添加される。そして、いずれの酸化物の微細粒子の分散であっても、それによって合金管の高温強度向上を図る場合、本発明の方法の適用が強度向上や強度の異方性低減に効果を発揮する。

【0040】本発明の製造方法を適用して最も効果のある合金管の一つは、Crを11～15%（以下いずれも質量%）、Tiを0.1～1%、 Y_2O_3 を0.15～0.35%含有する、酸化物分散強化型フェライト系鉄合金管である。なお、合金中にはこれら成分に加えて、フェライト系鉄合金に添加される他の合金成分を含んでいてもよい。

【0041】この場合、Crの含有量は11%未満では耐酸化性や耐食性が不足であり、15%を超えると中性子照射などによる脆化が起こりやすくなるため、11～15%とするのがよい。Tiは Y_2O_3 など酸化物粒子を微細化させる作用があり、0.1～1%の範囲で含有させるのが好ましい。これは、0.1%未満ではその効果が小さく、1%を超えるとその効果は飽和してしまうからである。

【0042】分散させる酸化物としては、 Y_2O_3 を0.15～0.35%含ませるが、 Y_2O_3 は容易に微細に分散し、かつ高温強さを向上させるのに極めて有効な酸化物である。その含有量は、0.15%を下回る場合、圧延途中の軟化処理の過程で再結晶組織を生じやすく、その結果として最終焼鈍後に強さの異方性が大きい状態になりやすい。しかし、含有量が0.35%を超えると、再結晶組織を得るのに要する焼鈍温度が高くなり、加工も困難になってくる。したがって Y_2O_3 の含有量は0.15～0.35%がよい。しかし、強さの異方性が大きくならない範囲でより高温強さが高い管にするには、0.20～0.35%とするのが望ましい。

【0043】上記のフェライト系鉄合金管の高温強さを、酸化物微粒子分散のように加工性の大幅劣化や異方性を生じることなく、向上させる元素としてWおよびMoの1種または2種を合計量で0.1～4%含有してもよい。この場合0.1%未満では添加の効果はなく、4%を超えると加工性が悪くなる。

【0044】

【実施例】鉄基金属粉末に Y_2O_3 の粉末を混ぜ、アトライタボールミルにてアルゴン雰囲気中で粉碎混合し、得られた粉末を軟鋼製カプセルに封入して1150℃に加熱し、押出し比7として外径約20mmの合金棒を作製した。これから外径18mm、肉厚3mmの素管を機械加工にて削りだし、1250℃にて30分の焼鈍をおこなって冷間圧延用素管とした。作製した3種の素管の化学組成を表1に示す。

【0045】

【表1】

表 1

合金 No.	化学組成 (%) (残部: Fe および不純物)									
	C	Si	Cr	Mo	W	Ti	Y ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	O	N
A	0.065	0.03	11.79	—	1.94	0.13	0.08	—	0.119	0.010
B	0.020	0.04	11.64	—	2.35	0.13	0.23	0.21	0.125	0.007
C	0.008	0.01	13.03	1.03	1.52	0.38	0.28	0.21	0.135	0.004

【0046】これらの素管を用い、図2に示す工程にて、①～④の冷間圧延と焼鈍とを繰返して外径7.1mm、肉厚0.53mmの合金管を作製した。冷間圧延はビルガー圧延機を用い、1パスにて45～48%の加工をおこなった。圧延加工の途中で施す3回の中間焼鈍は、一つの管の圧延に対しては同一温度の繰返しとし、1050℃、1100℃、1150℃または1200℃の4温度とした。最終焼鈍はいずれも1150℃である。これらの焼鈍の均熱時間はいずれも30分とした。各焼鈍の後、管端部分より試片を切り出し、縦断面の顕微鏡組織を観察した。

【0047】これらの顕微鏡組織は、図1にその例を示した(a)回復組織、(b)部分再結晶組織、(c)再結晶組織または(d)変形回復組織を示しており、中間焼鈍温度との関係をまとめると図3のようになる。図3には組織とともに硬さ(HV)の測定結果を示す。

【0048】ここに示されるように、冷間圧延と中間焼鈍とを繰返して管を製造すると、Y₂O₃の含有量の少ない合金Aでは、中間焼鈍温度が1100℃以上と高い場合、冷間圧延および焼鈍を繰返すうちに再結晶組織が生じ、さらには変形回復組織が生じてしまう。中間焼鈍温度が高ければ、圧延途中の段階で変形回復組織となっても、最終的に再結晶組織にすることができる。このように、中間焼鈍の段階にて再結晶組織が生じやすい場合でも、1100℃未満である1050℃にて中間焼鈍をおこなえば、この段階では再結晶組織とはならず、最終焼鈍後に初めて再結晶組織を出現させることができる。しかしながら酸化物量の少ない合金Aでは、高温強度の向上が大きくなく、強化の目的は十分達成できていない。

【0049】酸化物量の多い合金BおよびCにおいても、1100℃以上の中間焼鈍温度では、圧延途中で再結晶組織が生じてしまい、最終焼鈍後には強さの異方性の大きい変形回復組織になってしまう。これに対し、中間焼鈍の温度を1100℃未満の1050℃とし、最終焼鈍にて1100

℃以上の1150℃とすることにより強さの異方性の小さい再結晶組織で、十分な強度を有する管が得られる。

【0050】上記の合金Bにて作製した、中間焼鈍が1050℃で最終焼鈍にて再結晶組織となった管、および中間焼鈍が1150℃で変形回復組織となった管の2種を用いて、内圧クリープ破断試験をおこなった。試験温度を700℃とし、内圧を種々変えて破断に至るまでの時間を測定した結果を図4に示す。

【0051】これから明らかなように、本発明の方法により再結晶組織とした管は、同じ内圧に対し、回復変形組織である管よりも破断時間が10倍以上長くなっている。圧延途中の段階では再結晶組織を発生させず、最終の焼鈍にて金属組織を再結晶組織としたことによる効果である。

【0052】

【発明の効果】本発明の製造方法によれば、圧延加工および焼鈍を繰返して製造される酸化物分散強化型フェライト系高クロム鉄合金管において、長さ方向とそれに直交する周方向との強さの異方性を少なくし、強度を向上させることができる。この合金管は、高温で強い中性子照射の環境下で使用される高速炉の燃料被覆管に用いられ、高温強度、とくに内圧クリープ強さにすぐれたものが得られ、高速炉の実用化に寄与する効果が大きい。

【図面の簡単な説明】

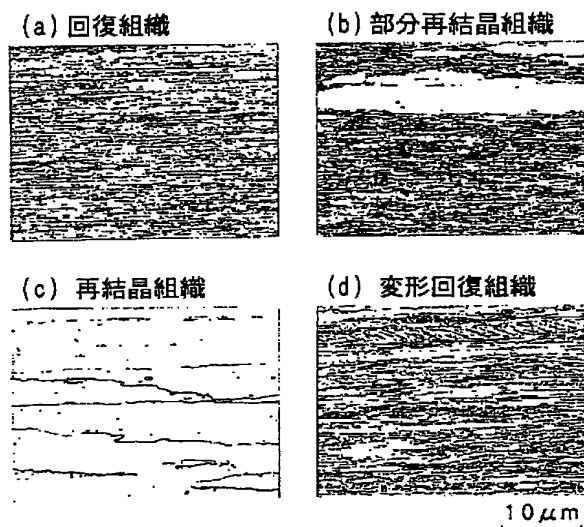
【図1】冷間圧延後の焼鈍によって得られる管の圧延方向断面の顕微鏡組織の例を示す図である。

【図2】合金管の圧延工程を説明する図である。

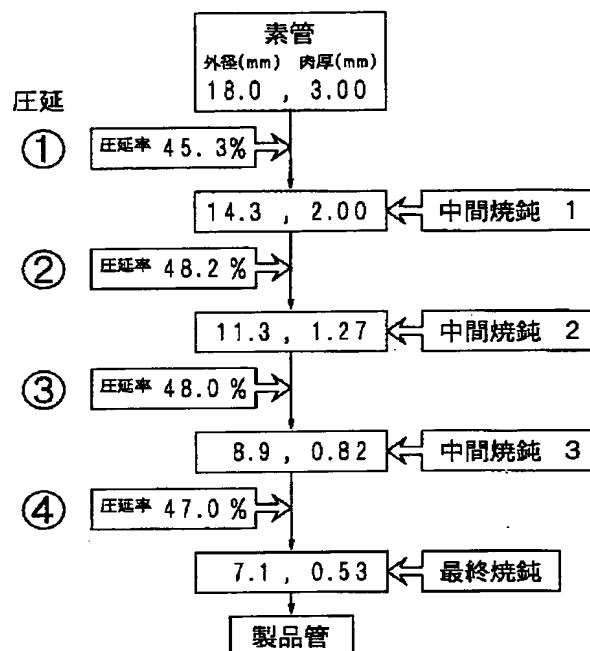
【図3】合金管の中間焼鈍または最終焼鈍後における顕微鏡組織変化を示す図である。

【図4】再結晶組織を有する管または回復変形組織を有する管の、700℃におけるクリープ破断試験結果を示す図である。

【図1】



【図2】



【図3】

(1) 合金 A

中間焼鈍 温度	1回目	2回目	3回目	最終焼鈍 (1150°C)
1200°C	再結晶 252	変形回復 255	部分再結晶 260	再結晶 261
1150°C	部分再結晶 282	再結晶 281	変形回復 275	変形回復 285
1100°C	回復 271	再結晶 291	変形回復 285	変形回復 295
1050°C	回復 363	回復 372	回復 381	再結晶 269

(2) 合金 B

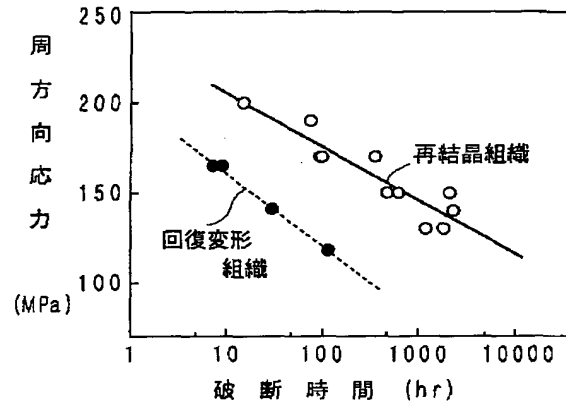
中間焼鈍 温度	1回目	2回目	3回目	最終焼鈍 (1150°C)
1200°C	部分再結晶 365	再結晶 320	変形回復 334	変形回復 333
1150°C	部分再結晶 378	再結晶 332	変形回復 354	変形回復 355
1100°C	回復 368	回復 372	部分再結晶 385	再結晶 297
1050°C	回復 391	回復 390	回復 394	再結晶 310

(3) 合金 C

中間焼鈍 温度	1回目	2回目	3回目	最終焼鈍 (1150°C)
1200°C	再結晶 341	変形回復 355	変形回復 345	変形回復 351
1150°C	再結晶 345	変形回復 355	変形回復 360	変形回復 359
1100°C	部分再結晶 382	再結晶 350	変形回復 365	変形回復 373
1050°C	回復 390	回復 395	回復 404	再結晶 358

組織
硬さ (HV)

【図4】



【手続補正書】

【提出日】平成13年10月17日(2001. 10. 17)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】これに対し、加工後の熱処理を十分におこなって結晶粒を粗大化させ、加工方向に直角の方向にも

粒が成長した再結晶組織にすると、この半径方向の強さが長さ方向のそれに近づき、内圧クリープ強さは向上することが知られている(鶴飼、他:「まてりあ」vol.39(2000), No.1, p78)。また、特開平8-225891号公報には、この酸化物分散型フェライト系高クロム鉄合金の Y_2O_3 の含有量を0.3%以下とし、加えて過剰酸素の量を限定することにより、結晶粒を粗大化させる温度を1300℃以下にする発明が開示されており、実施例では1200℃の焼鈍結果が示されている。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

ターム(参考)

C 2 2 C 38/28

C 2 2 C 38/28

G 2 1 C 3/07

G D F

B 2 2 F 3/20

B

3/30

G 2 1 C 3/06

G D F P

// B 2 2 F 3/20

3/30

V

(72)発明者 水田 俊治

茨城県東茨城郡大洗町成田町4002核燃料サイクル開発機構大洗工学センター内

(72)発明者 奥田 隆成

山口県下関市長府港町13番1号神鋼特殊鋼管株式会社内

(72)発明者 鶴飼 重治

茨城県東茨城郡大洗町成田町4002核燃料サイクル開発機構大洗工学センター内

(72)発明者 藤原 優行

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目5番8号株式会社コベルコ科研内

(72)発明者 小林 十思美

兵庫県尼崎市東向島西之町1番地住友金属テクノロジー株式会社関西事業所内

Fターム(参考) 4K018 AA33 AA34 AB01 AC01 BC12

DA11 FA01 FA08 HA03 KA28

4K032 AA13 AA35 BA03 CG01 CH06

CM01